

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

CLA2201 (等級 A) 多氯聯苯

polychlorobiphenyls

編輯日期：03/25/2003

容許濃度

參考資料：NIOSH 5503 (8/15/1994) [1]

行政院勞工委員會：0.01 mg/m³ (皮) [3]

分子式：C₁₂H_(10-x)Cl_x

OSHA：0.5 mg/m³

分子量：大約 326 (54% Cl; C₁₂H₅Cl₅)

NIOSH：0.001 mg/m³

別名：PCB; 1,1'-Biphenyl chloro;

ACGIH：0.5 mg/m³; STEL 1 mg/m³ (皮膚)

Chlorodiphenyl, 54% Cl (Aroclor 1254)

(1 ppm = mg/m³)

基本物性：Aroclor 1254，液態

CAS No.：1336-36-3 (PCB);

密度 1.54 g/mL @ 25°C

27323-18-8 (1,1'-Biphenyl chloro)

沸點：365~390°C

11097-69-1 (Chlorodiphenyl, 54% Cl

熔點：10°C

(Aroclor 1254))

蒸氣壓：蒸氣壓：0.0004 Pa (3×10⁻⁶ mmHg); RTECS No.：

1 mg/m³ @20°C

採	樣 [1]	分	析
採樣介質：玻璃纖維濾紙(13 mm)+矽酸鎂管 (Florasil, 100 mg/50 mg)		儀 器：GC/ECD	
流 率：50~200 mL/min		分析物：polychlorobiphenyls	
採樣體積：最小：1 L @ 0.5 mg/m ³ (3 L)		脫 附：濾紙+矽酸鎂管前段，5 mL 正己烷；後 段，2 mL 正己烷，超音波震盪 60 min	
最大：50 L		注射量：5 μL	
樣本運送：取樣後濾紙放入玻璃小瓶內		溫 度—注入口：250 °C	
樣本穩定性：樣本在矽酸鎂管的穩定性為 14天；樣本在濾紙的穩定性未知。		—偵檢器：300 °C	
現場空白樣本：每批樣本數的10%，至少需 二個以上。		—管 柱：230 °C	
準 確 度 [1]		載流氣體：Ar + 4 % methane, 10.7 mL/min	
範 圍：4~90 μg/m ³ (50 L 樣品)		管柱：30 m × 0.53 μm ID, fused silica WCOT, DB-1	
偏 差：不顯著		標準樣本：分析物溶於正己烷中	
總變異係數(CV _T)：0.073		檢量線範圍：0.1~3.0 μg/mL	
準 確 度：未測試		可量化最低量：0.5 μg/樣本	
		分析變異係數(CV _a)：5.64 %	

適用範圍[1]：40 L 的空氣樣本，本方法之有效分析範圍為 0.01~10 mg/m³，本方法可應用於
作業環境之空氣量測。

干 擾[1]：有機氯殺蟲劑，如 DDT、DDE 會干擾 PCBs 的定量，石化產物中的含硫化合物
也會干擾。

安全衛生注意事項：正己烷為可燃性化學品，多氯聯苯有毒，會刺激眼睛、皮膚、呼吸系統，
並可能為致癌物質。主要症狀會引起疲勞、刺激感、皮膚紅腫等症狀。可
經由皮膚接觸、呼吸、攝入、眼睛接觸等途徑進入人體。準備樣本及標準
品時，需在通風效果良好的煙櫃中進行。

註：本方法有標出參考文獻處，指內容係直接引用該文獻。

1. 試藥

1.1 脫附劑：正己烷，層析級。

1.2 分析物：多氯聯苯標準液：2.00 mg/mL，取適量的多氯聯苯溶液，裝於10 mL量瓶，再以正己烷稀釋到10 mL。

1.3 純化的氬氣(Ar)及4 % 甲烷(methane)。

2. 設備

2.1 採集設備：Swinnex濾紙匣(Millipore SX 0001300)內置13 mm的玻璃纖維濾紙，再以PVC管連接矽酸鎂管(100 mg/50 mg)，見「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇」之採樣介質 [4]。

2.2 個人採樣泵：流率約50~200 mL/min。

2.3 氣相層析儀：備有電子捕獲偵檢器(ECD)、積分器以及管柱。

2.4 2 mL、4 mL及8 mL 玻璃小瓶，備有聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。

2.5 5 mL 定量吸管和吸球。

2.6 10 μ L 之微量注射針筒。

2.7 10 mL定量瓶。

2.8 鑷子。

註：在分析過程中，不得使用塑膠器皿，以避免受到鄰苯二甲酸酯之污染，造成層析之基線飄移。

3. 採樣

3.1 個人採樣泵以PVC管連結矽酸鎂管，再接swinnex濾紙匣，進行流率校正，見「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇」之採樣 [4]。

3.2 以正確且已知的流率採集空氣。採樣泵流率是介於50~200mL/min，應採集的空氣體積為1~50 L。

注意：當 PCB 濃度低時，有效之採樣流率應大於 1 L/min，採集 24 小時，在此條件之偵測極限為 0.02 μ g/m³。

3.3 採樣完後，將前段濾紙放入8 mL玻璃小瓶中，以石蠟薄膜加封後運送。

3.4 矽酸鎂管加蓋後也以石蠟薄膜加封後運送。

4. 脫附效率測定與樣本脫附

4.1 脫附效率測定

4.1.1 見「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇」之脫附效率 [4]。

4.1.2 將矽酸鎂管兩端切開，倒出後段的矽酸鎂，丟棄之。

4.1.3 以微量注射針筒取適量的多氯聯苯標準液，直接注入玻璃濾紙中(含前段的矽酸鎂)，每樣本添加量 Aroclor 1254 約為 2.5~10 µg。

4.1.4 以塑膠蓋封管並以石臘薄膜(parafilm)加封，冷藏靜置過夜。

4.1.5 以脫附劑脫附後，進行分析。

4.1.6 以分析物回收質量除以添加質量，計算脫附效率。

4.2 樣本脫附

4.2.1 打開矽酸鎂管塑膠蓋將斷口切開，使開口與管徑同大，前端之玻璃纖維拿出與前段之矽酸鎂一併倒入已含採樣的玻璃纖維濾紙之 8 mL 的玻璃小瓶中。取出前後分離之 PU 泡綿與後段之矽酸鎂一併倒入另一個 4 mL 的玻璃小瓶。此二樣本應分開分析。

4.2.2 在 8 mL 以及 4 mL 的玻璃小瓶中，分別加入 5 mL 及 2 mL 的脫附劑，立即蓋上瓶蓋。

4.2.3 超音波震盪60分鐘。

5. 檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

5.1.1 見「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇」之檢量線製作與品管 [4]。

5.1.2 加已知量的標準品於盛有脫附劑的 1 mL 玻璃小瓶中，所建立之檢量線濃度範圍 Aroclor 1254 約為 0.10~3.0 µg/mL。

注意：至少應配製 5 種不同濃度的標準溶液，以建立檢量線。

5.1.3 將樣本、標準溶液與空白樣本同批一起分析。

5.1.4 選擇分析物的五個線性較佳的波峰面積，求其面積和，並對分析物的濃度，繪製檢量線。

5.2 品質管制

5.2.1 見「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇」之檢量線製作與品管 [4]。

6. 儀器分析

6.1 儀器分析條件

	條 件
儀器	GC/ECD 或其同級品
管柱	30 m × 0.53 μm ID, fused silica WCOT, DB-1
流率 (mL/min)	
Ar + 4 % Methane	10.7
溫度 (°C)	
注入口	250
偵檢器	300
管 柱	230

6.2 大約滯留時間

化合物	滯留時間 (分鐘)
n-hexane	0.4
PCBs	1.3~11.0

6.3 脫附效率*

化合物	** 容許濃度 (mg/m ³)	相當採樣 體 積 (L)	添加量 (μg/樣本)	平均脫附 效 率 (%)	分析變異 係數CVa (%)
PCBs (54 % Cl)***	0.01	250 ~1000	2.5~10	99.1	5.64

* 採樣介質為SKC型號 226-39 矽酸鎂管。

****行政院勞工委員會**民國84年6月之標準。

***以滯留時間較穩定之五個波峰面積之計算結果。

6.4 注射樣本進入氣相層析儀，使用自動注射器或採用溶劑沖刷注射技術(solvent flush injection technique) —10 μL之注射針筒先以溶劑(正己烷)沖刷數次濕潤針管與活塞，

取約1 μL溶劑後，吸入0.2 μL空氣，以分開溶劑與樣本，針頭再浸入樣本中吸入5 μL樣本後，在空氣中後退1.2 μL，以減少針頭樣本蒸發之機會，檢視注射針筒之針管樣本品佔4.9～5.1 μL。

6.5 以電子積分器或其他適當方法計算面積，分析結果自檢量線上求出。

7. 計算

$$C = \frac{(W_{\text{filter}} + W_f + W_b - B_{\text{filter}} - B_f - B_b) \times 10^3}{V}$$

式中：

C：空氣中有害物濃度(mg/m³)

V：採集氣體體積(L)

W_{filter}：玻璃纖維濾紙所含分析物質量(mg)

W_f：前段矽酸鎂管所含分析物質量(mg)

W_b：後段矽酸鎂管所含分析物質量(mg)

B_{filter}：玻璃纖維濾紙現場空白樣本之算術平均質量(mg)

B_f：矽酸鎂管現場空白樣本前段之算術平均質量(mg)

B_b：矽酸鎂管現場空白樣本後段之算術平均質量(mg)

註：如 W_b > W_f/10 即表破出，樣本可能有損失。

8. 方法驗證

	測 試 一	測 試 二
儀 器	GC/ECD	GC/ECD
分析條件 溫度 (°C) 注入口 偵檢器 管 柱	250 °C 300 °C 5°C/min 180——290 (3分鐘) (5分鐘)	250 °C 300 °C 220 °C 持續12分鐘
流率	Ar + 4 % methane 7.5 mL/min	氮氣 40 mL/min
管 柱	30 m × 0.53 mm ID, fused silica WCOT, DB-1	2 m × 2 mm ID, 玻璃管柱， 1.5 % SP-22501 / 1.95%SP-2401 on Supelcoport
平均脫附效率 (%)	95.0	96.7
CV _a (%)	5.26	2.60

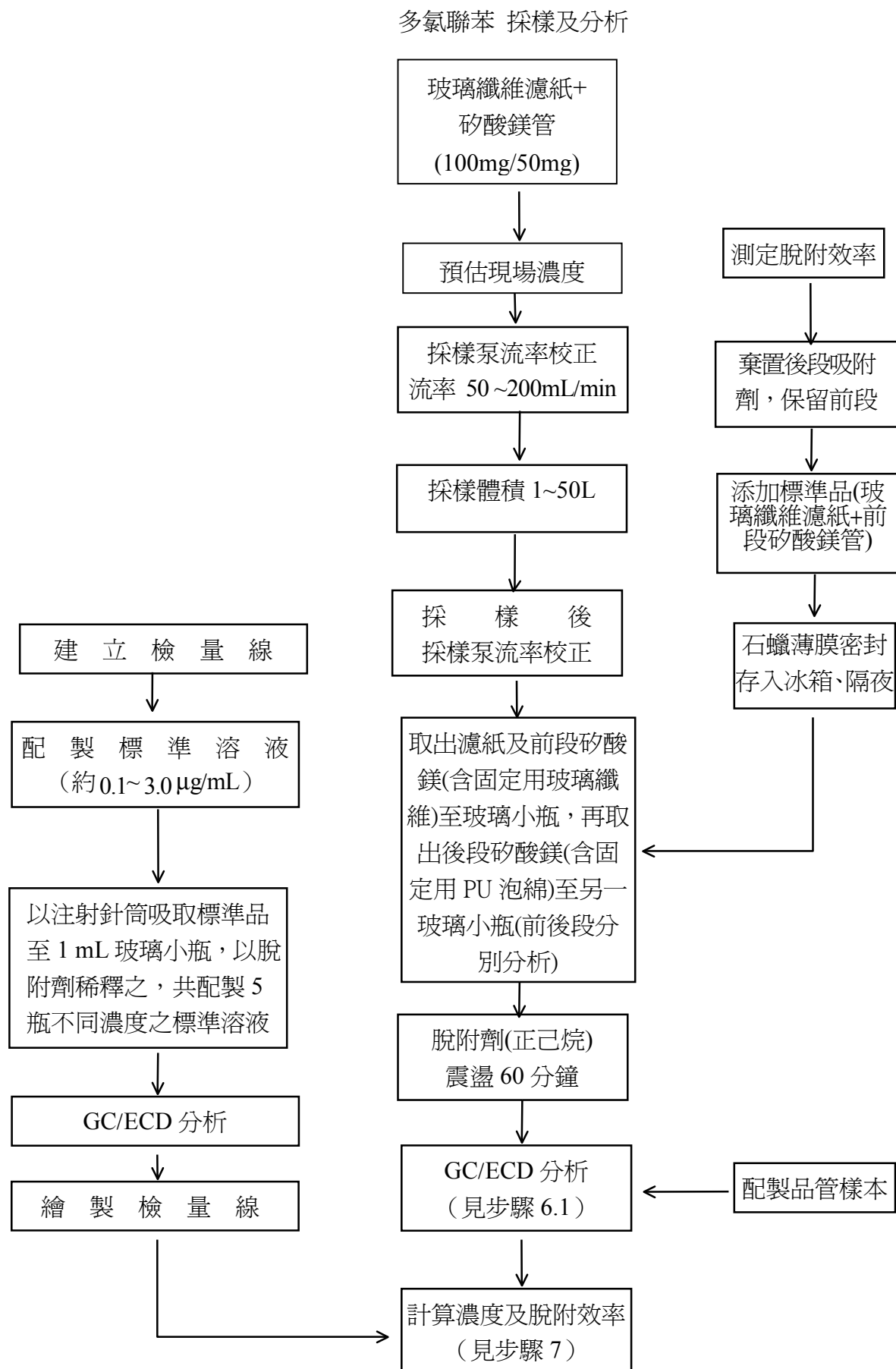
9. 高濕環境下破出測試與樣本貯存穩定性測試

未測試。

10. 參考文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th ed., NMAM 5503, U.S. Department of Health Education and Welfare, Publ. (NIOSH) 1994.
- [2] Backup Data Report for S120, prepared under NIOSH Contact 210-76-0123, available as "Ten NIOSH Analytical Methods, Set 2," Order No. Pb 271-464 from NTIS, Springfield, VA 22161.
- [3] 勞工作業環境空氣中有害物質容許濃度標準，行政院勞工委員會，民國 84 年 6 月。
- [4] 勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇，行政院勞工委員會，民國 84 年 12 月。

附註一 採樣分析流程圖



附註二：

1. 本分析方法是參照 NIOSH NMAM 5503 而成 [1]。

2. 儀器分析條件

方法：GC/ECD

脫附：5 mL 正己烷，靜置 20 分鐘並時加攪動。

注射量：4 μ L

溫度 - 注射器：250~300°C

- 偵測器：300~325°C

- 管柱：180°C

管柱：1.8 m $\times$ 2 mm ID 玻璃管柱，管內填充 1.5 % OV-17/1.95% QF-1

於 80/100 mesh Chromosorb WHP 中。

標準樣本：分析物溶於正己烷中

範圍：0.4~4 μ g/樣本

預估偵測極限：0.03 μ g/mL

分析變異係數(CV_a)：4.4 % @ 10~40 μ g/樣本

3. 方法評估 [1, 2]

NIOSH 方法 S120 發佈於 1978 年，其中 Aroclor 1242 在 37 mm 玻璃纖維的吸附可被 15 mL 的異辛烷完全脫附；100 mg 的矽酸鎂吸附劑置於 5 mL 正己烷中一天，可將 Aroclor 1016 完全脫附；因此 PCBs 在玻璃纖維上無吸附作用，並且 5 mL 的正己烷將足以使 PCBs 完全自濾層及矽酸鎂中萃出。樣品在玻璃纖維濾紙的穩定性未加研究；發生破出(即矽酸鎂管出口端之氣體濃度為測試氣體濃度之 5%)的容積 > 48 L，當矽酸鎂管在 75 % RH 且含有 10 mg/m³ Aroclor 1016。